# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

08-209540

(43)Date of publication of application: 13.08.1996

(51)Int.Cl.

#### D06M 15/27

(21)Application number: 07-015189

(71)Applicant : TORAY IND INC

(22)Date of filing:

01.02.1995

(72)Inventor: TAKAHASHI TOSHIYUKI

HARUTA MASARU MIURA HIDEO

## (54) TREATMENT OF FIBER MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a fiber material having durable moisture absorptivity and antistaticity and giving soft feeling by applying a specific polymerizable treating liquid to a fiber material and polymerizing the liquid on the surface of the material.

CONSTITUTION: A treating liquid containing (A) a divinyl monomer of the formula (X is H or CH3; (n) is an integer of 5-23), (B) a vinylcarboxylic acid and/or a vinylsulfonic acid and (C) a polymerization initiator is applied to a fiber material and polymerized on the surface of the material e.g. by steam treatment. The weight ratio of A:B is 1:(1-20). The resin produced by the polymerization is uniformly attached to the surface and a fiber material having excellent color fastness can be produced by this

$$CH_2 = C - X$$
  $X - C = CH_3$   $CH_3 O) \cdot -CO$ 

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

25.12.2000

[Date of sending the examiner's decision of

24.06.2003

rejection]

process.

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection

BEST AVAILABLE COPY

[Date of extinction of right]

### (19)日本国特許庁 (JP)

### (12) 公開特許公報(A)

#### (11)特許出願公開番号

### 特開平8-209540

(43)公開日 平成8年(1996)8月13日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号 庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

D06M 15/27

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全 5 頁)

(21)出願番号	特顧平7-15189	(71)出題人	000003159
			東レ株式会社
(22)出顧日	平成7年(1995)2月1日		東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号
		(72)発明者	高橋 利幸
			滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
			式会社滋賀事業場内
		(72)発明者	春田 勝
			滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
		Ì	式会社滋賀事業場内
		(72)発明者	三浦 英雄
			大阪市北区中之島3丁目3番3号 東レ株
			式会社大阪事業場内
		1	

### (54) 【発明の名称】 繊維材料の処理方法

#### (57)【要約】

【構成】ビニルカルボン酸および/またはビニルスルホン酸、下記一般式[I]で示されるジビニルモノマならびに重合開始剤からなり、ビニルカルボン酸および/またはビニルスルホン酸モノマと一般式[I]で示される\*

\*ジビニルモノマモノマの重量比が1:1~20:1である処理液を、繊維材料に付与した後、繊維材料表面で重合させることを特徴とする繊維材料の処理方法。 【化1】

【効果】樹脂の付着ムラが小さく、しかも洗濯や摩擦などに対する耐久性にも優れ、風合いの柔軟な生地が得られる。また、この樹脂は優れた吸湿性および親水性を有

しているため、合成繊維の蒸れやすい、帯電しやすい、 汚れが落ちにくいといった欠点が解消される。 【特許請求の範囲】

【請求項1】ビニルカルボン酸および/またはビニルス ルホン酸、下記一般式[1]で示されるジビニルモノマ ならびに重合開始剤からなり、ビニルカルボン酸および /またはビニルスルホン酸モノマと一般式 [ 1 ] で示さ\*

$$CH_2 = C - X$$
  $X - C = CH_2$   
 $COO - (CH_2 CH_2 O)_{n} - CO$ 

(X=Hまたは $CH_3$ 、 $n=5\sim23$ の整数)

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、繊維材料の処理方法に 関するものである。さらに詳細には、耐久性のある吸湿 性、帯電防止性を有し、しかも柔軟な風合いおよび染色 堅牢度が良好な繊維材料を得る処理方法に関するもので ある。

[0002]

は、優れた物理的特性および化学的特性を有しているた め広く使用されているが、その反面、吸湿性が低いため 着用時に蒸れやすく、帯電しやすいという欠点があり、 改善が望まれている。

【0003】このため、例えば、後加工面からは、特公 昭60-34979号公報に示されるように、合成繊維 にアクリル酸やメタクリル酸をグラフト重合させたり、 特開平2-84565号公報や特開平2-145872 号公報に示されるように、セルロース微粉末や特定のポ リアミノ酸系樹脂などの吸湿性物質を合成繊維に付与さ 30 せたりする方法が提案されている。

【0004】また、特公昭53-46960号公報に示 されるように、ポリアルキレングリコールセグメントを 有する共重合体を浸漬処理でポリエステル繊維に付着さ せたり、特公昭58-46589号公報に示されるよう に、ラジカル重合可能な親水性モノマを付与した後、ボ リエステル繊維上で重合させる方法も提案されている。

【0005】原糸面からは、特公昭62-7285号公 報に示されるように、紡糸前に特定のシュウ酸塩を配合 し、紡糸後の工程で一部溶出させ、毛細凝縮孔を形成さ 40 せたり、特開昭60-155770号公報に示されるよ うに、金属スルホネート化合物を含むポリエステル繊維※

※をアルカリ処理することによって毛細凝縮孔を形成させ たりして吸湿性を付与する方法が提案されている。

\*れるジビニルモノマモノマの重量比が1:1~20:1

で重合させることを特徴とする繊維材料の処理方法。

である処理液を、繊維材料に付与した後、繊維材料表面

[0006]

[{t1]

【発明が解決しようとする課題】これらは、いずれの方 法も性能や耐久性が不十分であったり、風合いが堅くな ったりする欠点があった。

【0007】本発明者らはこれを解決すべく、耐久性の ある吸湿性を有し、しかも柔軟な風合いおよび良好な染 【従来の技術】ポリエステル、ナイロンなどの合成繊維 20 色堅牢度を有する繊維材料を得る方法を先に特開平6-280165号として提案した。

【0008】しかしながら、この方法では薄地に対して 十分な耐久性を得るのが容易でなかったり、加工中の水 分制御が容易ではないことから樹脂の付着ムラによる性 能のバラツキが時に生じるという問題があった。

【0009】本発明の課題は、薄地に対しても十分な耐 久性のある吸湿性を有し、しかも柔軟な風合いおよび染 色堅牢度が良好で性能の安定した繊維材料を得る処理方 法を提供することにある。

[0010]

【課題を解決するための手段】本発明の処理方法は、上 記課題を解決するために、次の構成を有する。すなわ ち、ビニルカルボン酸および/またはビニルスルホン酸 (以下、モノマA)、下記一般式[I]で示されるジビ ニルモノマ (以下、モノマB) ならびに重合開始剤から なり、モノマAとモノマBの重量比が1:1~20:1 である処理液を、繊維材料に付与した後、繊維材料表面 で重合させることを特徴とする繊維材料の処理方法であ る。

[0011] 【化2】

カルボン酸および/またはビニルスルホン酸が選ばれ 以下、本発明の内容について詳述する。 【0012】本発明に用いるモノマAとしては、ビニル 50 る。ビニルカルボン酸の具体例としては、アクリル酸、 メタクリル酸、マレイン酸、イタコン酸、ブテントリカルボン酸などが挙げられる。ビニルスルホン酸の具体例としては、2-アクリルアミド-2-メチルブロバンスルホン酸(以下、AMPS)、2-アリルオキシ-2-ヒドロキシブロバンスルホン酸、スチレンスルホン酸ナトリウム、イソブレンスルホン酸ナトリウム、スルホエチルメタクリレート、アリルスルホン酸ナトリウム、メタリルスルホン酸ナトリウムなどが挙げられる。本発明では、これらのモノマを2種以上用いることも何ら差し支えない。特に、重合効率と吸湿性の面からは、アクリル酸、メタクリル酸、2-アクリルアミド-2-メチルブロバンスルホン酸、スチレンスルホン酸ナトリウムが好ましい。

【0013】本発明に用いるモノマBは、一般式 [1] において、nを5~23とするものである。nが5よりも小さいと、薄地に対して十分な耐久性を得るのが容易でなく、加工中の水分制御が容易ではないことから樹脂の付着ムラによる性能のバラツキが生じる。また、nが23より大きいと十分な耐久性が得られない。

【0014】また、Xについては、X=CH,の場合、 安全面から好ましい。なお、モノマAと同様にモノマB を2種以上用いることも何ら差し支えない。

【0015】モノマAとモノマBの混合比は、重量比で1:1~20:1とするものである。この重量比が1:1 に満たない場合には、生地の風合いが粗硬なものになってしまい、得られる吸湿性も低いレベルにとどまる。一方、20:1を越える場合には、重合体の網目構造化が十分に進まないため、繊維への固着が不十分になってしまう。モノマAとモノマBの使用量については、特に限定はなく、処理の目的に応じて任意に決めればよい。

【0016】本発明に用いる重合開始剤としては、通常 のラジカル開始剤を使用できる。例えば、過硫酸アンモ ニウム、過硫酸カリウム、過酸化水素などの無機系重合 開始剤や、2、2′-アゾビス(2-アミディノブロバ ン) ジハイドロクロライド、2, 2'-アゾピス(N, N'-ジメチレンイソブチラミディン) ジハイドロクロ ライド、2-(カルバモイラゾ)イソブチロニトリルな どの有機系重合開始剤が挙げられる。また、過酸化ベン ゾイル、アゾビスイソブチロニトリルなどの水不溶性重 合開始剤をアニオン、ノニオン等の界面活性剤で乳化さ 40 せて用いても良い。コスト、取扱いの容易さの点から は、過硫酸アンモニウムが好ましく用いられる。 に、重合効率を高めるために、重合開始剤としての過酸 化物と還元性物質を併用するいわゆるレドックス系開始 剤を用いても良い。この過酸化物としては、例えば、過 硫酸アンモニウムや過硫酸カリウム、還元性物質として は、例えば、スルホキシル酸ナトリウムとホルマリンと の反応物やハイドロサルファイトなどが挙げられる。重 合開始剤の使用濃度は、使用するモノマ濃度や処理条件 にもよるが、0.1~3%が好ましい。

【0017】本発明で用いる処理液には、必要に応じて 仕上げ加工剤、例えば、撥水剤、柔軟剤、難燃剤、抗菌 防臭加工剤などを添加しても良い。また、架橋促進のた めに、風合いをあまり粗硬にしない程度に、メチロール 基を有するビニルモノマ、例えば、Nーメチロールアク リルアミドやNーメチロールメタクリルアミドなどを添 加しても良い。

【0018】処理液を繊維材料に付与する方法としては、通常用いられる手段が適用可能である。例えば、パディング法、スプレー法、キスロールコータ、スリットコータなどが挙げられる。これらの方法で処理液を付与後、例えば真空脱水機で処理するなどして付与量を調整することも好ましく行なわれる。

【0019】本発明において、モノマAとモノマBを重合させる方法としては、ラジカル重合に用いられるあらゆる手段が適用可能である。例えば、乾熱処理、スチーム処理、浸漬法、コールドバッチ法、マイクロ波処理、紫外線処理などが挙げられる。マイクロ波処理とは、2450MHzまたは920MHzの波長の高周波を被加20熱物に当てることで発熱させるものである。これら処理手段は、単独で適用しても良いし、加熱効率を高めるために、例えば、スチーム処理または乾熱処理時にマイクロ波処理または紫外線処理を併用するなどしても良い。なお、空気中の酸素が存在すると重合が進みにくくなるので、乾熱処理、マイクロ波処理、紫外線処理の場合には、不活性ガス雰囲気下で処理するのが好ましく、コールドバッチ法の場合にも、シール材で密閉するのが好ましい。

[0020] これらの重合方法のなかでは、スチーム処理が重合効率および処理の安定性の観点から好適である。スチーム処理は、常圧スチーム、過熱スチーム、高圧スチームのいずれでも良いが、コスト面からは、常圧スチームまたは過熱スチームが好ましい。スチーム処理温度は、80~180℃さらには100~160℃が好ましい。スチーム処理時間は、1~10分間程度で良い。

【0021】なお、本発明の方法において、繊維材料に 処理液を付与した後、モノマAとモノマBを重合させる 前に、風乾あるいは乾燥機などで予備乾燥することも好 ましく行なわれる。

【0022】本発明の処理による重合物の付着量は、吸湿性能を優れたものにし、一方、風合いの粗硬化を防ぐ観点から、繊維材料に対して1~20 wt%とするのが好ましい。

【0023】本発明に用いうる繊維材料としては、ポリエチレンテレフタレートやポリブチレンテレフタレートなどのポリエステル系繊維、ポリエステルに第3成分を共重合したポリエステル系繊維、ナイロン6やナイロン66などのポリアミド系繊維、ポリアミドに第3成分を50 共重合したポリアミド系繊維、ポリアクリロニトリルを

主成分とするアクリル系繊維、ポリエチレン、ポリプロ ピレンなどのポリオレフィン系繊維、ポリ塩化ビニル系 繊維、セルロース系繊維、蛋白質系繊維などがあげら れ、これらを混紡、混織、交織、交編した混用素材も含 まれる。また、繊維の形態としては、フィラメント、ス テープル、織編物、不織布などいかなる形態であっても 良い。

[0024]

【実施例】以下、実施例により、さらに詳細に説明す

【0025】なお、実施例中に記載した各種性能の測定 は、次の方法による。

【0026】樹脂付着量(%)={(重合後の生地重量 - 重合前の生地重量)/ (重合前の生地重量) } × 10

CCで、生地重量とは、20℃,65%RHの環境下に 24時間放置した時の重量をいう。

【0027】吸湿率(%)={(吸湿時の生地重量-絶 乾時の生地重量) / (絶乾時の生地重量) } ×100 ことで、吸湿時の生地重量とは、絶乾から20℃・65\*20

AMPS

一般式[I]においてX:-CH, n=9のモノマ

N-メチロールアクリルアミド

過硫酸アンモニウム

※果を表1に示す。

[0032] 【表1】

乾燥後直ちに、105℃の過熱スチーマで3分間処理 し、湯水洗、乾燥した。次いで、乾燥機で180℃,1 分でセットし、評価に供した。樹脂付着量は8.0~

8. 2%の範囲内であり樹脂付着ムラが小さかった。結※

		茂灌坚牢度				
	洗濯前		洗濯20回後		(色落ち)	風合い
	20°C, 65%RH	30°C, 90%RH	20°C, 65%RH	30C. 90KRB	极	L
実施例1	3. 3~3. 4	6. 0~6. 1		_	4	柔らかい
実施例2	3. 2~3. 4	6. 1~6. 2	<b>-</b> .	_	4	やや硬い
実施例3	3. 3~3. 4	6.0~6.1	3. 0~3. 2	5. 4~5. 6	4	柔らかい
実施例 4	3. 1~3. 3	5. 7~5. 8	_	-	4	柔らかい
実施例 5	3. 2~3. 4	5. 9~6. 1	<b>-</b> ·	_	4	やや硬い
実施例 6	3. 1~3. 3	5. 7~5. 8	2. 8~1. 9	5. 1~5. 2	4	柔らかい
比較例1	2. 7~3. 3	5. 4~5. 9	_	_	4	柔らかい
比較例2	2.7~3.3	5. 4~5. 9	2. 5~3. 0	4. 7~5. 4	4	柔らかい
比較例3	2, 2~3, 3	5. 0~5. 7	_	-	4	柔らかい
比較例 4	2. 2~3. 3	5. 0~5. 7	1. 3~2. 0	2. 1~3. 5	1 4	ままた柔らかい
未処理品	0. 4	0. 6	. 0, 4	0. 5	4	非常に至らわい

(実施例2)未減量の供試生地Aに、実施例1と全く同 じ処理を施して試料を作製した。樹脂付着量は7.9~ 8. 0%の範囲内であり樹脂付着ムラが小さかった。評 価結果を表しに併せて示す。

に供した。評価結果を表1に併せて示す。

【0034】 (実施例4) あらかじめ15%減量された 供試生地Bに、実施例1と全く同じ処理を施したものを 【0033】(実施例3)実施例1と全く同じ処理を施 50 評価に供した。樹脂付着量は7.4~7.5%の範囲内

\*%RHあるいは30℃・90%RHの環境下に24時間 放置した時の重量をいう。

[0028] 洗濯堅牢度: JIS L 0842の規定 により測定する。

【0029】実施例の供試生地は、次の2種類のものを 用いた。

【0030】供試生地Aおよび供試生地B

ポリエステル加工糸織物(東レ(株)製#L7502、 目付:212 q/m ) およびポリエステル加工糸織物

(東レ (株) 製#BW1000、目付:118 g/㎡) の生織を精練、乾熱セット後、分散染料ダイアニックス ネイビー ブルー(Dianix Navy Blue) BG-SE(三菱化

成(株)製)3%owfを用いて常法で染色し、還元洗 浄、乾燥したものをそれぞれ供試生地Aおよび供試生地 Bとした。

(実施例1) あらかじめ20%減量された供試生地Aを 下記組成の処理液に浸漬後、マングルで絞り率80%に なるように絞り、乾燥機で130℃,3分乾燥させた。 [0031]

8. 0 wt%

1. 5 wt%

0. 5 wt%

0. 3 wt%

した試料に、さらに家庭洗濯を20回施したものを評価

7

であり樹脂付着ムラが小さかった。評価結果を表 1 に併せて示す。

【0035】(実施例5)未減量の供試生地Bに、実施例1と全く同じ処理を施して試料を作製した。樹脂付着量は7.5~7.7%の範囲内であり樹脂付着ムラが小さかった。評価結果を表1に併せて示す。

【0036】(実施例6)実施例4と全く同じ処理を施 した試料に、さらに家庭洗濯を20回施したものを評価\* \* に供した。評価結果を表1に併せて示す。

【0037】(比較例1)あらかじめ20%減量された供試生地Aを下記組成の乳化液に浸漬後、マングルで絞り率80%になるように絞り、乾燥機で130℃、3分間予備乾燥させた。なお、サンモールBK-20はノニオン・アニオン系界面活性剤である。

[0038]

AMPS

一般式 [ I ] において、X:−CH, , n = 1のモノマ

サンモールBK-20 (日華化学工業(株)製)

過硫酸アンモニウム

予備乾燥後直ちに、105℃の過熱スチーマで3分間処理し、湯水洗、乾燥した。次いで乾燥機で180℃、1分間セットし、評価に供した。樹脂付着量は6.8~7.8%の範囲となり樹脂付着ムラが大きかった。結果を表1に併せて示す。

【0039】(比較例2)比較例1と全く同じ処理を施した試料に、さらに家庭洗濯を20回施したものものを評価に供した。評価結果を表1に併せて示す。

【0040】(比較例3) あらかじめ15%減量された供試生地Bに、比較例1と全く同じ処理を施したものを評価に供した。樹脂付着量は6.0~7.3%の範囲となり樹脂付着ムラが大きかった。評価結果を表1に併せ

8. 0 wt%

2. 0 wt%

0.5 wt%

0. 3 wt%

て示す。

【0041】(比較例4)比較例3と全く同じ処理を施した試料に、さらに家庭洗濯を20回施したものを評価に供した。評価結果を表1に併せて示す。

[0042]

【発明の効果】本発明の方法によれば、樹脂の付着ムラが小さく、しかも洗濯や摩擦などに対する耐久性にも優ない、風合いの柔軟な生地が得られる。また、この樹脂は、優れた吸湿性および親水性を有しているため、合成繊維の蒸れやすい、帯電しやすい、汚れが落ちにくいといった欠点が解消される。

R